

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-256043

(P2000-256043A)

(43) 公開日 平成12年9月19日 (2000.9.19)

(51) Int.Cl.⁷

C 0 3 C 27/12

識別記号

F I

C 0 3 C 27/12

テームコード* (参考)

F 4 G 0 6 1

D

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平11-61743

(22) 出願日

平成11年3月9日 (1999.3.9)

(71) 出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72) 発明者 服部 強司

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業株式会社内

Fターム(参考) 4G061 AA20 BA01 BA02 CA02 CB05

CB19 CD02 CD12 CD20 DA09

DA23 DA29 DA30 DA38

(54) 【発明の名称】 合わせガラス用中間膜および合わせガラス

(57) 【要約】

【課題】 中間膜同士のブロッキングを防止し、さらに、作業性や脱気性が良好であり、かつ、光学歪みが発生しない合わせガラス用中間膜およびそれを用いた合わせガラスを提供する。

【解決手段】 多層樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、該中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸がメインエンボス及びサブエンボスから構成される。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 最外層の膜厚が $45 \sim 200 \mu\text{m}$ である多層樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、該中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸が粗さ $20 \sim 40 \mu\text{m}$ のメインエンボス及び粗さ $10 \sim 15 \mu\text{m}$ のサブエンボスからなることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項 2】 最外層の膜厚が $200 \sim 720 \mu\text{m}$ である多層樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、該中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸が粗さ $20 \sim 50 \mu\text{m}$ のメインエンボス及び粗さ $10 \sim 15 \mu\text{m}$ のサブエンボスが形成されてなることを特徴とする合わせガラス用中間膜。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 記載の合わせガラス用中間膜が、2 枚のガラス板の間に挟着されてなることを特徴とする合わせガラス。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、合わせガラス用中間膜およびそれをを用いた合わせガラスに関する。

【0002】

【従来の技術】 従来から、2 枚の透明ガラス板の間に可塑化ポリビニルブチラール樹脂に代表される接着性中間膜が挟着されてなる合わせガラスは、強度が大きく破損し難く、破損した場合でも破片が飛散しない安全なガラス材であり、例えば自動車や航空機等の輸送用機器あるいは建築物等の窓ガラスに広く使用されている。

【0003】 このような合わせガラスを製造する場合には、接着性の熱可塑性樹脂からなる中間膜を 2 枚のガラス板の間に挿入し、得られた積層体を予備圧着して各層間に残存する空気を脱気した後、本圧着して積層体を完全に密着させる。

【0004】 上記の合わせガラスに用いられる中間膜は、保存時に中間膜同士が合着し塊状となる、いわゆるブロッキング現象が生じないこと、ガラスと中間膜とを重ね合わせる際の作業性が良好であること、および予備圧着工程における脱気性が良好であることが要求される。特に、予備圧着時における脱気性は合わせガラスの品質を左右する。脱気が不十分であると、得られた合わせガラスの透明性が悪くなったり、促進試験を行うと気泡が生じたりすることがある。

【0005】 上記のような脱気性を含む中間膜の総合性能は、素材である熱可塑性樹脂の種類や粘弾性等の物性によって左右されるが、これらの物性を固定して考えると、中間膜の表面形状がその総合性能を決定する大きな要因となる。

【0006】 特に、エンボスと呼ばれる多数の微細な凹凸を中間膜の表面に形成すると効果があることが知られ、従来より、エンボスが表面に形成された中間膜が使用されている。そのエンボスの形態としては、例えばラ

ンダムな大きさや形状を有する凹凸を形成したものや、格子状の多数の条溝を形成したもの等がある。

【0007】 このようなエンボスが表面に形成された従来の中間膜としては、例えば中間膜の表裏面に配列方向を特定化したエンボスを形成したもの（特開平 6-127983 号公報）等があり、中間膜同士のブロッキング防止や、ガラス板と中間膜とを重ね合わせる際の作業性改善、および予備圧着工程での脱気性に関して効果が認められている。

10 【0008】 一方、近年では合わせガラスの用途の多様化が進み、装飾性、断熱性、合わせ加工等、合わせガラスの付加価値の向上が幅広く要求されるようになってきている。このため、単一材よりなる中間膜だけでは要求項目を総て満足させることが困難となり、単一樹脂膜からなる単層中間膜に代わり、多層樹脂膜からなる多層中間膜が注目されている。例えば特開平 4-254444 号公報においては、2 種の可塑化ポリビニルアセタール樹脂膜を積層して構成した、少なくとも 2 層の多層樹脂膜からなる多層中間膜が提案されている。

20 【0009】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、ブロッキングの防止、作業性改善あるいは脱気性向上のために、上記多層中間膜の表面にエンボスを形成した場合、最外層の膜厚が比較的薄い場合には、エンボスが中間膜表面に形成されるだけではなく、多層樹脂膜を構成する各樹脂層の界面にも該エンボスの凹凸に応じた凹凸状の微小な変形が生じる。このため、各樹脂膜層の界面に微小な乱れが生じて界面が不均一となる。その結果、このような多層中間膜を用いて作製した合わせガラスを通してガラスの反対側を見た場合、反対側の像が歪んで見える、いわゆる光学歪みが発生するという問題が生じている。

30 【0010】 本発明は、上記の問題を解決するもので、その目的とするところは、中間膜同士のブロッキングを防止し、さらに、作業性や脱気性が良好であり、かつ、光学歪みが発生しない合わせガラス用中間膜およびそれをを用いた合わせガラスを提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決すべく鋭意研究を行った結果、合わせガラス用多層中間膜に発生する像の歪み、いわゆる光学歪み現象は、中間膜表面に形成されたエンボスの粗さと多大な相関があることを見出し、本発明を完成するに至った。

40 【0012】 本願請求項 1 記載の発明（以下、第 1 発明という）である合わせガラス用中間膜は、最外層の膜厚が $45 \sim 200 \mu\text{m}$ である多層樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、該中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸が粗さ $20 \sim 40 \mu\text{m}$ のメインエンボス及び粗さ $10 \sim 15 \mu\text{m}$ のサブエンボスからなることを特徴とする。

50



【0013】本願請求項2記載の発明（以下、第2発明という）である合わせガラス用中間膜は、最外層の膜厚が200～720 μm である多層樹脂膜からなる合わせガラス用中間膜であって、該中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸が粗さ20～50 μm のメインエンボス及び粗さ10～15 μm のサブエンボスが形成されてなることを特徴とする。

【0014】本発明の合わせガラス用中間膜としては多層樹脂膜が用いられる。上記樹脂膜としては、従来より合わせガラスに用いられている樹脂膜を使用することができ、例えば、可塑化ポリビニルブチラル系樹脂、塩化ビニル系樹脂、エチレン-酢酸ビニル系樹脂、ウレタン系樹脂等の熱可塑性樹脂からなる樹脂膜が挙げられる。

【0015】これらの樹脂膜は、耐候性、耐貫通性、ガラス破片の飛散防止性、透明性、光学歪みが生じない等の、合わせガラスに要求される基本性能が優れている。また、これら樹脂膜には、紫外線吸収剤、酸化防止剤、接着調整剤等の種々の添加剤が含有あるいは付着されてもよい。

【0016】尚、本発明の合わせガラス用中間膜の膜厚は、特に限定されるものではないが、各種の用途に適応するためには、0.1～2mmの範囲が好ましい。

【0017】第1発明の合わせガラス用中間膜で用いられる多層樹脂膜の最外層の膜厚は、45～200 μm となされる。最外層の膜厚が45 μm 未満では、後述するメインエンボスの粗さを20～40 μm とすると各樹脂膜層の界面に微小な乱れが生じて界面が不均一となり、いわゆる光学歪みが発生する。また、膜厚が200 μm を超えるとメインエンボスの粗さを20～40 μm とする必要はない。

【0018】第1発明の中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸は、粗さが微細なメインエンボス及び極微細なサブエンボスとからなる。上記メインエンボス及びサブエンボスからなる凹凸が形成されることによって、光学歪みをより効果的に解消することが確認されており、上記メインエンボスの粗さは20～40 μm となされ、サブエンボスの粗さは10～15 μm となされる。

【0019】上記メインエンボスの粗さが20 μm より小さくなると、予備圧着工程での脱気性が低下し、得られた合わせガラスの透明性が悪くなったり、促進試験を行うと気泡が発生したりすることがある。一方、メインエンボスの粗さが40 μm より大きくなると、各樹脂膜層の界面に微小な乱れが生じて界面が不均一となり、いわゆる光学歪みが発生する。メインエンボスの粗さは25～35 μm が好ましい。

【0020】上記メインエンボスの粗さのみならず、サブエンボスの粗さが光学歪みの解消に大きく寄与していることが確認されており、上記サブエンボスの粗さが、

10 μm より小さくなると予備圧着工程で脱気性が低下し、得られる合わせガラスの透明性が悪くなったり、促進試験で気泡が生じたりすることがあり、15 μm を超えると各樹脂膜層の界面に微小な乱れが生じて界面が不均一となり、いわゆる光学歪みが発生する。

【0021】第2発明の合わせガラス用中間膜で用いられる多層樹脂膜の最外層の膜厚は、200～720 μm となされる。最外層の膜厚が200 μm 未満では、後述するメインエンボスの粗さを20～50 μm とすると各樹脂膜層の界面に微小な乱れが生じて界面が不均一となり、いわゆる光学歪みが発生する。また、膜厚が720 μm を超えるとメインエンボスの粗さを20～50 μm とする必要はない。

【0022】第2発明の中間膜の少なくとも一面に凹凸が形成され、該凹凸が、粗さが微細なメインエンボス及び極微細なサブエンボスとからなる。上記メインエンボスの粗さは、第1発明と同様の理由によって20～50 μm となされ、サブエンボスの粗さは、第1発明と同様の理由によって10～15 μm となされる。

【0023】上記エンボスの形状は、円錐、角錐、擬錐体、角柱、円錐等の柱体等、特に限定されることなく種々の形状を採用することができる。

【0024】上記エンボスの配列としては、規則的なもの、ランダムなもの等、種々ものを採用することができ、特に限定されるものではないが、界面の乱れによる光学歪み現象が起こりにくいという点を考慮すれば、エンボスの配列は規則的である方が好ましく、さらにサブエンボスの粗さを15 μm 以下に抑えることにより、脱気性を阻害せず、光学歪みを改善することができる。

【0025】ここでいうエンボスの粗さとは、中間膜の表面に形成された多数の凹凸からなるエンボスの深さ又は高さのことをいう。

【0026】上記メインエンボスの粗さは、例えば表面粗さ測定装置を用いて10点平均粗さとして測定される。上記サブエンボスの粗さは、例えば表面粗さ測定装置を用いて得られる中間膜の表面曲線からメインエンボスの凹凸を取り除いた後に測定される。上記表面曲線からメインエンボスの凹凸を取り除くには、一般に電気式表面粗さ測定機に用いられている濾波回路による方法や、曲率半径の大きい円で表面曲線上をたどったときの円の中心の軌跡を利用する方法が用いられるが、前者の方法が好ましい。

【0027】上記表面粗さ測定装置として、例えば触針型表面粗さ測定装置が用いられ、該装置の大部分のものは、触針の動きを電氣的に拡大する形式のものであり、上記濾波回路は、通常予め測定装置に組み込まれている。触針型表面粗さ測定装置の市販品としては、例えば、東京精密社製触針型表面粗さ計「Surfcom1210A型」等が挙げられる。尚、上記濾波回路におけるカットオフの長さ（切断係数）は、JIS B 06

0.1に準拠して0.08mmを採用する。

【0028】中間膜表面にエンボスを形成する方法としては、例えば、エンボスロール法、カレンダーロール法、異形押出法等が挙げられるが、定量的に一定のエンボスを得るにはエンボスロール法が好ましい。

【0029】上記エンボスロールは、ロールにプラスト材を吹きつけて凹凸表面を形成することにより得られる。プラスト材としては、例えば、エメリー、スチールグリッドが好適に用いられる。

【0030】上記合わせガラス用中間膜の製造方法としては、例えば、各樹脂膜をそれぞれ別々に成形し、これらの各樹脂膜を重ね合わせて加熱加圧することにより一体化した後表面にエンボスを形成する方法；各樹脂膜を多層押出し法により一体的に積層成形した後表面にエンボスを形成する方法等がある。

【0031】このようにして得られた合わせガラス用中間膜を用いて合わせガラスを製造するには、通常の合わせガラスの製法が採用される。例えば、2枚の透明な無機ガラス板、あるいは剛性の高いポリカーボネート板、ポリメチルメタクリレート板等のような有機ガラス板の間に上記中間膜を挟み込み、これをゴムバッグに入れ、減圧吸引しながら約70～110℃で予備圧着し、次いで、オートクレーブを用いるか、あるいはプレス成形機を用いて、約120～150℃の温度にて約10～15kg/cm²の圧力で本圧着を行う。

【0032】

【作用】合わせガラス用中間膜として多層樹脂膜からなる中間膜を使用する場合に発生する、各樹脂膜層の界面の微小な乱れによる合わせガラスを通しての像の歪み、いわゆる光学歪み現象は、中間膜の表面に形成されるメインエンボスの粗さとサブエンボスの粗さに大きな相関がある。特に、第1発明の対象である、最外層の膜厚が45～200μmと比較的薄い多層中間膜においては、各樹脂膜層の界面は中間膜の表面に近い位置にあり、このため、表面にエンボスを形成する際に界面の乱れを起こし易い傾向がある。また、第2発明の対象である、最外層の膜厚が200～720μmの多層中間膜についても、同様のことがいえる。

【0033】本発明においては、合わせガラス用中間膜の少なくとも一面に形成されるメインエンボスを、第1発明において20～40μmの範囲に、第2発明において20～50μmの範囲に限定することにより、中間膜表面にエンボスを形成した際に従来生じていた各樹脂膜層の界面の乱れが生じることなく均一となる。従って、この中間膜を用いて合わせガラスを製造する場合には、光学歪みを生じることがなく、また、中間膜同士のブロッキングも防止することができ、作業性や脱気性についても良好な結果を得ることができる。

【0034】

【発明の実施の形態】以下に本発明の実施例および比較

例を示し、本発明をさらに詳述するが、本発明はこれら各実施例に、何ら限定されるものではない。

【0035】各実施例および比較例により得られた合わせガラス用中間膜のブロッキング性、さらにそれを用いた合わせガラスの脱気性、エンボス粗さ及び光学歪みを評価した。その評価方法を以下に示す。

【0036】[ブロッキング性の評価方法] 得られた合わせガラス用中間膜を、10mm×25mmの長方形に2枚裁断して積み重ね、その上に2kgの荷重を加え、25時間放置した後、引張試験機により、180度ピール剥離力（サンプル数n=3の平均値）を測定した。なお、この値は大きい程、接着力が大きく、耐ブロッキング性が悪いことを示す。

【0037】[エンボス粗さの測定方法] 測定装置として、東京精密社製触針型表面粗さ計「Surfcom1210A型」を使用した。尚、濾波回路におけるカットオフの長さ（切断係数）は、JIS B 0601に準拠して0.08mmを採用した。

【脱気性および光学歪みの評価方法】脱気性と光学歪みの評価は、目視にて判定した。

【0038】（実施例1）

【各樹脂膜の調整】ポリビニルブチラル樹脂（重合度1700、残存酢酸基1モル%、ブチラル化度66モル%）100重量部と、可塑剤としてトリエチレングリコールジ-2-エチルブチレート40重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後プレス成形機でプレス成形し、平均膜厚0.13mmの樹脂膜Aを得た。

【0039】また、塩化ビニル系樹脂（塩化ビニル-エチレングリシジメタクリレート共重合体）100重量部と、可塑剤としてジ-2-エチルヘキシルフタレート40重量部とを混合し、これをミキシングロールで十分に熔融混練した後、プレス成形機でプレス成形し、平均膜厚0.12mmの樹脂膜Bを得た。

【0040】[合わせガラス用多層中間膜の製造] 上記の樹脂膜Aと樹脂膜Bとを用いて、樹脂膜A/樹脂膜B/樹脂膜Aの順に3層（合計膜厚0.38mm）を重ね合わせ、プレス成形機で加熱圧着して一体化して多層中間膜を得た後、多層中間膜表面にエンボスロール法にてエンボスを形成し、合わせガラス用多層中間膜を製造した。一方、エンボスロールの加工方法は、研磨ロールに#54のスチールグリッドをプラストした後一定量を半研磨し、さらに#120の微細なスチールグリッドをプラストして、メインエンボスとサブエンボスとを施した。このエンボスロール法を使用して、メインエンボスとサブエンボスとが形成された合わせガラス用中間膜を製造した。

【0041】得られた中間膜表面のエンボス粗さを、触針式表面粗さ計（東京精密社製「Surfcom E-RM-S09A, E-RM-S02A, E-MD-S3

9A)を用いて測定したところ、メインエンボスの粗さは $33\mu\text{m}$ (10点平均値)、サブエンボスの粗さは $15\mu\text{m}$ (10点平均値)であった。また、ブロッキング性について測定した結果、接着力 $85\text{g}/\text{cm}$ と低い値を示した。すなわち、耐ブロッキング性は良好であり、作業性に優れることが分かった。

【0042】〔合わせガラスの製造〕上記合わせガラス用多層中間膜を、その両側から透明なフロートガラス(縦 $30\text{cm}\times$ 横 $30\text{cm}\times$ 厚さ 3mm)で挟み込み、これをゴムバッグ内に入れ、 20torr の真空度で20分間脱気した後、脱気したままオープンに移し、さらに 90°C で30分間保持しつつ真空プレスした。このようにして予備圧着された合わせガラスを、エアークレープで、温度 135°C 、圧力 $12\text{kg}/\text{cm}^2$ の条件で、20分間本圧着を行い、合わせガラスを製造した。得られた合わせガラスについて、ブロッキング性、脱気性及び光学歪みを評価し、その結果を表1に示した。

【0043】(実施例2)エンボスロールの加工方法において、#120に代えて#180の微細なスチールグリッドをブラストしてサブエンボスを施したこと以外は、実施例1と同様にしてメインエンボスとサブエンボス(10点平均粗さ $10\mu\text{m}$)とが形成された合わせガラス用多層中間膜を得た。得られた中間膜及び合わせガラスについて、実施例1と同様にブロッキング性、脱気*

*性及び光学歪みを評価し、その結果を表1に示した。

【0044】(実施例3)エンボスロールの加工方法において、#120に代えて#220の微細なスチールグリッドをブラストしてサブエンボスを施したこと以外は、実施例1と同様にしてメインエンボスとサブエンボス(粗さ $5\mu\text{m}$)とが形成された合わせガラス用多層中間膜を得た。得られた中間膜及び合わせガラスについて、実施例1と同様にブロッキング性、脱気性及び光学歪みを評価し、その結果を表1に示した。

10 【0045】(比較例1)エンボスロールの加工方法において、#60のスチールグリッドをブラストしてメインエンボスのみを形成したこと以外は、実施例1と同様にしてメインエンボスのみが形成された合わせガラス用多層中間膜を得た。得られた中間膜及び合わせガラスについて、実施例1と同様にブロッキング性、脱気性及び光学歪みを評価し、その結果を表1に示した。

【0046】(比較例2)エンボスロールの加工方法において、#36のスチールグリッドをブラストしてメインエンボスのみを形成したこと以外は、実施例1と同様にしてメインエンボスのみが形成された合わせガラス用多層中間膜を得た。得られた中間膜及び合わせガラスについて、実施例1と同様にブロッキング性、脱気性及び光学歪みを評価し、その結果を表1に示した。

【0047】

【表1】

			実 施 例			比 較 例	
			1	2	3	1	2
樹 脂 膜	A	種 類	PVB	PVB	PVB	PVB	PVB
		膜 厚 (mm)	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13
	B	種 類	PVC	PVC	PVC	PVC	PVC
		膜 厚 (mm)	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12
中 間 膜	積層構成		A/B/A	A/B/A	A/B/A	A/B/A	A/B/A
	層 数		3	3	3	3	3
	全膜厚 (mm)		0.38	0.38	0.38	0.38	0.38
	メインエンボス 粗さ (μm)		33	33	33	33	43
	サブエンボス粗さ (μm)		15	10	5	なし	なし
	ブロッキング性 (g/cm)		85	90	95	80	70
合ガ わラ セス	脱 気 性		良 好	良 好	良 好	良 好	良 好
	光 学 歪 み		良 好	良 好	良 好	やや不良	
総 合 判 定			○	○	○	△	△

PVB: ポリビニルブチラール樹脂
PVC: ポリ塩化ビニル系樹脂

【0048】

【発明の効果】本発明の合わせガラス用中間膜は、上述の構成であり、合わせ工程において各樹脂層の界面は乱れることなく均一となる。従って、この中間膜を用いて*

* 合わせガラスを製造する場合に、光学歪みの発生を防止することができる。また、中間膜同士のブロッキングも防止することができ、作業性や脱気性についても良好な結果を得ることができる。